

FTIR을 이용한 배터리 생산 수율, 성능 및 안정성 개선

LiPF₆의 분해 및 배터리 성능과 안전성에 미치는 영향



저자

Wesam Alwan과
Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

소개

전 세계가 운송 분야에서 전기화를 향해 급속히 변화함에 따라 전기 자동차(EV) 배터리 제조업체는 생산성을 높이고 제품 품질, 성능 및 안전성을 향상시켜야 한다는 엄청난 압력을 받고 있습니다.

이러한 과제에는 사용 전 다양한 원재료, 제조 과정에서 가공된 재료, 최종 제품에 대한 엄격한 품질 관리(QC)가 필요합니다. 리튬 이온 배터리(LIB)를 만드는 데 사용되는 일부 재료는 반응성이 높은 것으로 알려져 있습니다. 예를 들어, lithium hexafluorophosphate(LiPF₆)는 상용 충전식 LIB의 전해질에 가장 널리 사용되는 염으로 반응성이 높아 LiF와 PF₅로 분해될 수 있습니다. PF₅가 수분에 노출될 경우, 물과 반응하여 독성이 강하고 부식성이 강한 가스인 POF₃와 불화수소(HF)를 생성합니다.¹⁻⁴ 이러한 특성은 심각한 안전 위험을 초래하고 배터리 성능 저하를 가속화하여 잠재적으로 고장을 일으킬 수 있습니다.

FTIR을 사용하면 다양한 재료와 물질에 대해 신속하고 비파괴적인 화학적 핑거프린팅이 가능합니다. 사용하기 전에 배터리급 LiPF₆의 품질을 보장하기 위해 제조 환경을 위해 설계된 강력한 FTIR을 사용하여 간단한 QA/QC 워크플로를 수행할 수 있습니다.

다이아몬드 감쇠 전반사(ATR) 모듈이 장착된 **Agilent Cary 630 FTIR 분광기**(그림 1)는 재료 식별 워크플로에서 얻은 히트 품질 지수(HQI)를 기반으로 LiPF₆의 무결성(품질)을 보장할 수 있습니다.

HQI 값은 측정된 스펙트럼 및 라이브러리 스펙트럼 매치가 얼마나 잘 계산되었는지를 나타냅니다. HQI는 재료 식별 및 확인 워크플로에서 통과/실패 기준으로 자주 사용됩니다(그림 2). 스펙트럼 라이브러리는 Agilent MicroLab FTIR 소프트웨어에서 쉽게 생성, 유지 및 관리할 수 있습니다.



그림 1. Agilent Cary 630 FTIR 분광기는 초소형 경량 디자인(20 × 20cm 및 3.6kg)으로 글러브 박스에서 쉽게 사용하여 습기에 민감하거나 유해한 화학물질에 대한 고품질 결과를 얻을 수 있습니다.

실험

워크플로를 설명하기 위해, 다양한 조건에서 보관 및 처리된 세 개의 LiPF₆ 시료가 표 1에 나열된 파라미터를 사용하여 FTIR로 측정되었습니다.

표 1. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 작동 파라미터.

파라미터	설정
분석법	라이브러리 검색
사용된 라이브러리	사용자 생성 LIB 옴 라이브러리
검색 알고리즘	유사
스펙트럼 범위	4,000-650cm ⁻¹
백그라운드/시료 스캔	32
스펙트럼 분리능	4cm ⁻¹
백그라운드 수집	스펙트럼 참조 라이브러리: 아르곤 시료 1 및 2: 아르곤 시료 3: 공기
Zero Fill Factor(제로 필 팩터)	없음
Apodization(아포다이제이션)	HappGenzel
Phase Correct(위상 보정)	Mertz
색상으로 구분된 신뢰 수준 임계값	초록색(높은 신뢰도): > 0.95 주황색(중간 신뢰도): 0.90-0.95 빨간색(낮은 신뢰도): < 0.90



① 분석 시작

② 그림 기반의 소프트웨어 지침 따르기

③ 색상으로 구분된 실용적 결과 즉시 수신

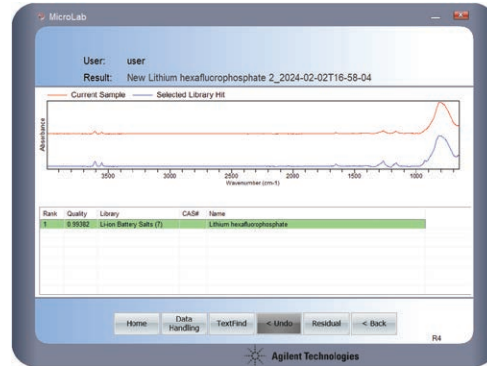
그림 2. Agilent MicroLab FTIR 소프트웨어는 교육의 필요성을 낮추고 사용자로 인한 오류의 위험을 최소화하는 그래픽 사용자 인터페이스를 사용합니다.

결과 및 토의

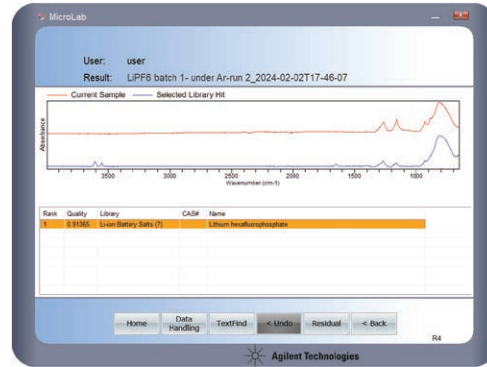
시료 1(새 병)과 시료 2(8개월 전에 개봉)는 글러브 박스 내 습기가 없는 통제된 조건에서 측정되었습니다. 두 시료 모두 LiPF_6 로 식별되었고, HQI 값은 각각 0.99392 및 0.91365입니다.

그러나 시료 3(8개월 전에 개봉하여 공기 중에서 측정)도 LiPF_6 로 식별되었으나 그림 3에 표시된 것처럼 HQI는 0.79151입니다. 시료 3의 HQI가 상당히 낮다는 것은 10분에 걸쳐 2분 간격으로 획득한 6개의 FTIR 스펙트럼의 변화로 입증된 바와 같이 공기 중 염의 잠재적인 분해를 나타냅니다(그림 4).

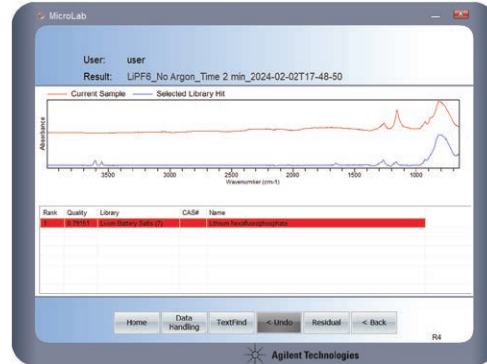
세 가지 LiPF_6 시료에 대해 얻은 HQI 값은 각각의 보관 또는 사용 조건과 밀접하게 일치합니다. 색상으로 구분된 결과는 개봉한 LiPF_6 용기를 장기간 보관하지 않고 건조한 조건에서 염을 취급하는 것이 중요하다는 점을 강조합니다.



제어된 습도
환경에서 측정된
새 LiPF_6 병



제어된 습도
환경에서 측정된
사용한 LiPF_6 병



제어되지 않은 습도
환경에서 측정된
사용한 LiPF_6 병

그림 3. 다양한 실험실 조건에서 분석된 세 가지 LiPF_6 시료에 대한 재료 식별 결과. 시료(빨간색 선) 및 라이브러리 히트(파란색 선).

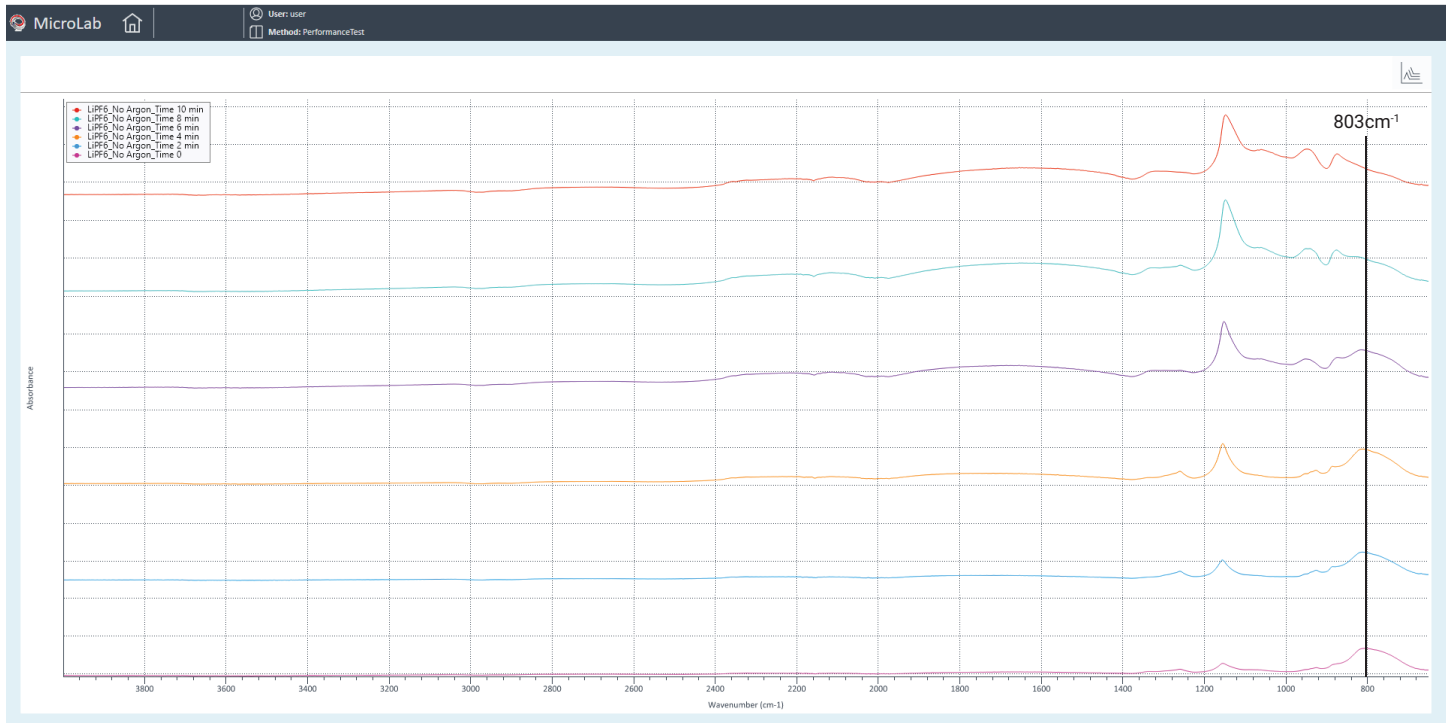


그림 4. 글러브 박스 외부에서 Agilent Cary 630 FTIR-ATR를 사용하여 0-10분 사이에 2분 간격으로 모니터링된 LiPF₆ 시료 3의 FTIR 스펙트럼. 803cm⁻¹ 부근의 피크 변화는 6개의 스펙트럼에 걸쳐 강조 표시됩니다.

결론

- Cary 630 FTIR 분광기와 MicroLab 소프트웨어는 간단하고 효율적인 품질 테스트 워크플로를 사용하여 LiPF_6 의 분해 상태를 평가할 수 있습니다.
- 색상으로 구분된 결과와 통과/실패 기준은 제조 환경에서 빠르고 정보에 입각한 의사 결정을 위해 쉽게 맞춤화될 수 있습니다.
- Cary 630 FTIR은 크기, 단순성, 사용 용이성 및 다양한 환경 조건에서의 견고성 덕분에 벤치 및 글러브 박스 기반 응용 분야에 이상적입니다.
- 이 시스템은 수분 제어 환경에서 처리해야 하는 리튬염 분석에 이상적입니다.
- Cary 630 FTIR은 복합염의 품질과 특성을 신속하게 평가할 수 있는 능력을 갖추고 있어 제조 QC 환경과 연구 개발 실험실 모두에서 귀중한 도구가 될 수 있습니다.

참고 문헌

1. Larsson, F.; *et al.* Toxic Fluoride Gas Emissions from Lithium-Ion Battery Fires. *Sci. Rep.* **2017**, *30*, 7(1), 10018.
2. Han, J. Y.; Jung, S. Thermal Stability and the Effect of Water on Hydrogen Fluoride Generation in Lithium-Ion Battery Electrolytes Containing LiPF_6 . *Batteries* **2022**, *8*(7), 61.
3. Juba, B. W.; *et al.* Lessons Learned—Fluoride Exposure and Response, *Journal of Chemical Health and Safety* **2021**, 28(2).
4. Kraft, V.; *et al.* Ion Chromatography Electrospray Ionization Mass Spectrometry Method Development and Investigation of Lithium Hexafluorophosphate-Based Organic Electrolytes and Their Thermal Decomposition Products. *J. Chromatogr. A* **2014**, *8*(1354) 92–100.

추가 정보

- Agilent Cary 630 FTIR 분광기
- MicroLab FTIR 소프트웨어
- MicroLab Expert
- FTIR 분석 및 응용 가이드
- FTIR 분광기 기초 – FAQ
- ATR-FTIR 분광기 개요

www.agilent.com/chem/cary630

DE45928792

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
2024년 4월 24일 한국에서 발행
5994-7172KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com